

(独) 科学技術振興機構
戦略的創造研究推進事業
チーム型 (CREST)

研究領域事後評価用資料

「物質現象の解明と応用に資する
新しい計測・分析基盤技術」
(2004-2011)

研究総括 田中通義

2012 年 3 月 12 日

目次

1. 戦略目標	- 1 -
1) 名称	- 1 -
2) 具体的な達成目標	- 1 -
3) 目標設定の背景及び社会経済上の要請	- 1 -
2. 研究領域	- 3 -
3. 研究総括	- 3 -
4. 採択課題・研究費	- 3 -
5. 研究総括のねらい	- 4 -
6. 選考について	- 6 -
1) 選考方針	- 6 -
2) 選考結果	- 6 -
7. 領域アドバイザーについて	- 9 -
8. 研究領域の運営について	- 10 -
9. 研究の経過と所見	- 13 -
1) 米田チーム	- 13 -
2) 重川チーム	- 13 -
3) 下山チーム	- 14 -
4) 高田チーム	- 15 -
5) 高柳チーム	- 16 -
6) 並河チーム	- 16 -
7) 瀬戸チーム	- 17 -
8) 高橋チーム	- 18 -
9) 竹腰チーム	- 18 -
10) 内藤チーム	- 19 -
11) 福谷チーム	- 20 -
12) 河田チーム	- 20 -
13) 小宮山チーム	- 21 -
14) 末永チーム	- 21 -
15) 宝野チーム	- 22 -
16) 水谷チーム	- 22 -
10. 総合所見	- 23 -

1. 戦略目標

「新たな手法の開発等を通じた先端的な計測・分析機器の実現に向けた基盤技術の創出」
(平成 16 年度設定)

1) 名称

新たな手法の開発等を通じた先端的な計測・分析機器の実現に向けた基盤技術の創出

2) 具体的な達成目標

全く新しい発想に基づく技術開発、新原理の探索を通じた新たな手法の開発等、多方面の先端科学技術分野における創造的な研究活動を支える新たな計測・分析機器の実現に向けた基盤技術の確立を目指す。

特に、細分化、多様化が進む先端分野の研究開発において、画期的な進展もたすため、あるいは全く新しい領域を切り拓くため、従来技術では不可能であった現象や事象について、新たな方法論の開拓と多分野の技術の融合等を併行して進める。具体的には、例えば、以下のような領域について、先端計測分析機器の開発につながる基盤技術を確立する。

- ・ 無機材料や有機材料、生体・環境試料中に含まれる極微量物質の化学形態を計測・分析する基盤技術の確立
- ・ 無機材料や有機材料、生体・環境試料の固体－固体界面、固体－液体界面の状態を計測・分析する基盤技術の確立

3) 目標設定の背景及び社会経済上の要請

我が国が科学技術分野で真に諸外国を先導するためには、世界最先端の研究データ、独自の研究データを取得できる先端計測分析技術・機器を整備していくことが重要である。世界最先端の研究データ・独自の研究データは、具体的な研究ニーズに基づく創意工夫による技術開発や、新たな方法論の開拓や多分野の技術の融合を通じた新しい測定機器によって生み出されるものであるが、このような新しい手法の開発等を通じた測定機器の開発自体も極めて新規性・独創性の高い研究である。

また、新しい手法の開発を通じた先端的な計測・分析技術基盤の確立は、次の開発段階である実用化・汎用化をすることにより産業応用も可能となるものであり、社会経済上大きな波及効果も期待できるものである。

具体的には、例えば、生体中又は環境試料中の極微量物質が、生体又は環境に与える影響は、化学物質の存在形態により大きく異なるものであり、このような極微量物質の存在形態を可視化することは生体反応・化学反応を設計する基礎的知見を与えるものである。また、次世代の超高集積化素子を実用化する際にはナノ（10 億分の 1 メートル）領域の

界面の制御技術が鍵となり、物質界面の化学状態を明らかにすることは重要である。さらに、ナノレベルの材料が生体内にどのような影響を与えるかを解析するためには、ナノ材料と生体物質の接触界面の情報を明らかにすることが重要である。

このような技術の開発は、ライフサイエンス分野における分子認識に基づく生命現象の解明、ナノテクノロジー（10億分の1メートルのレベルの精度を扱う超微細技術）・材料分野における物質間の相互作用の解明、環境分野における生体影響の解明等の他様々な分野において鍵となるものであり、また、新規ナノバイオ（分子のレベルで物質を操るナノテクノロジーと、生命の仕組みを解明するバイオテクノロジーを組み合わせ、医療や環境の中に存在する微量物質の検出などに応用する新しい研究領域）材料の開発、新規集積化素子等の開発に資するものであり、多大な経済効果も期待できるものである。

これまでは、我が国においては、新しい測定機器に関する研究・技術開発を、各研究機関及び個々の研究者・技術者が個別に進めてきたが、これらの研究を行うにあたっては分野横断的に体系的に基盤技術を確立していくことが重要であり、また、本基盤技術の確立のためには、全く新しい発想に基づく研究が適切な規模で長期間実施される必要がある。

以上のことから、我が国においても、本基盤技術の開発について早期に国家的に取り組む必要がある。

4) 目標設定の科学的裏付け

新しい手法の開発を通じた先端的な測定機器を確立する基盤技術の研究開発は、各研究機関又は各研究者・技術者個人において独自に取り組まが行われているものの、未だ不確定な要素が多く、全く新しい発想による体系的な取り組みが必要となる。

本戦略目標は広汎な先端科学技術分野において根本かつ普遍的な価値を有する基盤技術を確立するものであり、国家として戦略的・長期的に取り組む必要がある。また、技術動向に応じて適宜新しい技術を確立していく必要もあるので、次世代を担うべき若手研究者の育成も重要な課題となっている。

以上のことから、複数の技術開発を同時並行的に競争的環境下で進めることにより、最も有用な計測・分析技術を抽出し、世界に先駆けて世界標準となる基盤技術を確立することが重要である。さらに、20代、30代の若手研究者・技術者の育成にも重点を置く必要がある。

また、本戦略目標は、新しい手法の開発を通じて新規性・独創性を有する計測・分析基盤技術を確立するものであるが、その開発の推進にあたっては、我が国において実施されている他の先端計測分析技術・機器を開発する事業と情報交換をしつつ、連携をとりながら推進していくことが重要である。

5) 重点研究期間

平成16年度から平成19年度までの4年間にわたり、新規研究課題の募集を実施する。

研究期間は1研究課題につき概ね5年の研究を実施する。（なお、優れた研究成果を挙げている研究課題については、厳正な評価をした上で、研究期間の延長を可能とする。）

2. 研究領域

「物質現象の解明と応用に資する新しい計測・分析基盤技術」

(平成16年度発足)

本研究領域は、物質や材料に関する科学技術の発展の原動力である新原理の探索、新現象の発見と解明に資する新たな計測・分析に関する基盤的な技術の創出を目指す研究を対象とするものです。

具体的には、新材料や新規なデバイスの創出、新規な微細加工技術の創出等に資する計測・分析技術、環境中等に含まれる極微量物質の化学的存在形態に関する新規な計測・分析技術等を対象とします。また、ナノスケールでの物質の形態に応じた物性や、表面、界面の化学組成や物性に関する新規な計測・分析技術も対象とします。

さらに、既存の基本原理に基づく技術であっても、計測・分析の速度、感度、精度を飛躍的に向上させる技術あるいはその限界に挑む技術等、新原理の探索や新現象の発見と解明に資する研究や物質科学技術にブレークスルーをもたらすことが期待できる研究を含めます。

3. 研究総括

田中 通義（東北大学 名誉教授）

4. 採択課題・研究費

採択 年度	研究代表者	所属・役職	研究課題	研究費
平成 16 年度	米田 忠弘	東北大学 教授	低次元ナノマテリアルと単一分子の振動分光・ESR 検出装置開発	334
	重川 秀美	筑波大学 教授	フェムト秒時間分解走査プローブ顕微鏡技術の開拓と極限計測	317
	下山 雄平	室蘭工業大学 教授	多量子遷移 ESR による巨大分子の構造解析	231
	高田 昌樹	(独)理化学研究所 主任研究員	反応現象の X 線ピンポイント構造計測	477
	高柳 邦夫	東京工業大学 教授	0.5Å 分解能物質解析電子顕微鏡基盤技術の研究	661
	並河 一道	東京学芸大学 教授	高いコヒーレンスをもつ軟X線レーザーを利用した新固体分光法の構築	261
平成 17 年度	瀬戸 誠	京都大学 教授	物質科学のための放射光核共鳴散乱法の研究	419
	高橋 隆	東北大学 教授	バルク敏感スピン分解超高分解能光電子分光装置の開発	339
	竹腰 清乃理	京都大学 教授	材料開発に資する高感度多核 NMR 法の開発	324
	内藤 康秀	光産業創成大学院大学 准教授	超高分解能高速イメージング質量分析技術(質量顕微鏡)の構築	306
	福谷 克之	東京大学 教授	水素のナノスケール顕微鏡	308
	河田 聡	大阪大学 教授	プラズマモニタリング走査分析顕微鏡	382
平成 18 年度	小宮山 進	東京大学 教授	半導体量子構造の探索とテラヘルツ波計測技術開拓	333
	末永 和知	(独)産業技術総合研究所 研究チーム長	ソフトマターの分子・原子レベルでの観察を可能にする低加速高感度電子顕微鏡開発	507
	宝野 和博	(独)物質・材料研究機構 フェロー	レーザー補助広角3次元アトムプローブの開発とデバイス解析への応用	291
	水谷 五郎	北陸先端科学技術大学院大学 教授	高機能光和周波顕微鏡の開発	188
総研究費				5,687

5. 研究総括のねらい

科研費の費目から試験研究という項目がなくなってから久しい。そのために計測・分析用の機器開発のための研究費目がなくなってしまった。機器開発に主眼を置いてきた研究室の数はどんどん減ってゆき、研究者たちの多くは材料科学に転向した。世の中はますます近視眼的になり、目先の材料開発偏重になり、材料開発にかこつなければ機器の開発ができないような状態が続いてきた。さらに、貿易摩擦による外圧から、外国製の機器を調達せよとの号令がかかり、機器開発の意欲は一層そがれた。その結果、研究に使用する計測・分析機器は日本製から外国製に置き換わっていった。この間、計測・分析手法やそれらの技術の研究の振興を図る施策は殆どなかったと言える。気がついてみれば、材料開発への大きな投資のうち、そこで費やされる費用の大きな部分が外国製の評価・分析機器の購入に当てられるという事態になった。10年以上に及ぶこのような方針のせいで、機器開発に携わってきた大学人の数が大幅に減ってしまったことは憂慮に堪えない。このように研究の方向とそれに伴う投資が極端な方向に行くのは、まだまだ日本の科学・技術に対する考え方が未成熟だからであろう。新原理の探索や新現象の発見と解明には、計測・分析手法とその技術の開発と発展が不可欠である。平成15年度に文部科学省に先端計測分析技術・機器開発に関する検討会が設けられ、我が国発の先端計測分析技術・機器が実現されていく方策等について検討された。ようやく機器開発の重要性が再認識されてきた。平成16年度よりJSTにおいて「先端計測分析技術・機器開発事業」が開始した。これは3年度にわたるプロジェクト研究で、開発される機器の実用化を目指している。

今回の「物質現象の解明と応用に資する新しい計測・基盤技術」研究領域は、次世代の産業にもつながるナノスケールの計測・分析や極微量物質の計測・分析などにかかわる基盤技術の開発・発展を促すものである。CRESTは、より将来を見据えた基礎的な研究開発に重点をおき、必ずしもすぐに実用に供するための研究開発を目的としていない。今回の事業は機器開発に携わる研究者にとって干天の慈雨のごときものである。そこで、本研究領域では、これまで、こつこつと努力していながら日の当らなかった、あるいは注目されてこなかった計測・分析技術の研究者を発掘し、これらの研究者を勇気付け、新規なあるいは極めて高度でインパクトのある計測・分析の手法・技術を世界に向かって発信し、今後、世界標準になりうるような計測・分析基盤技術が開発されることを目指した。また、機器や手法の開発に関わる研究者が大学に研究室を確保できるようにすることも目標の一つとした。このことなしには若手研究者、後継者の育成はできないからである。

計測・分析手法の探針としては、電子、光、X線、イオン、原子などがあり、MAS、NMR、ESRなどが含まれるが、必ずしもこれらに限らず広い分野から選考することを目指した。最近の先端的な計測の研究の中には、いろいろな原理を組み合わせた手法が試され百花繚乱の観を呈している分野もあるが、流行の分野にばかりとらわれず、ユニークなもの、古典的なものでもその奥を窮めるようなものにも配慮した。

CRESTは研究のシーズ作りではなく、すでに研究の種があるものに援助することによって、大きく発展させるのが役目と考えられる。今回採択する研究が新規性を狙った単なる

提案でなく、すでに確実な種があり、それを発展させることによって、その成果が計測・分析の基盤技術で世界をリードできるものであり、他の方法では得られない知見が得られる技術・装置で、助成することで何かが開けるものを目指した。一方では基礎科学の発展のための研究も大切にしながら、他方では将来広く使われることになるような計測・分析機器の開発、あるいはそれに繋がる課題かどうかとも考慮した。

6. 選考について

1) 選考方針

材料の評価・分析技法には別表 1 に挙げたような多岐にわたる方法がある。このような手法を参照しながら、提案書の中から、なるべく多くの手法を網羅するように配慮して選考した。研究提案には、きわめて基礎的研究に属するものから実用に近い研究までに亘っていたが、基礎とか実用とかにはとらわれず選考した。また、資金的に豊かな研究者の採択を避け、資金的に恵まれない大学の研究者や、次世代を担う研究者の発掘、育成を主眼に置いて、優れた研究あるいはユニークであると判断される研究を採択することにした。計測・分析の基盤技術という今回の目的を踏まえて、物質・材料開発に主眼をおいた課題の採択は避けた。さらに、提案書の出来の良し悪しだけでなく、出来る限り提案者自身の研究歴、研究に対する姿勢などについても調べて、この研究者には是非やっていただきたいというような申請を探し出したいと考えた。本領域は、そのカバーする分野が広いので、このような人を探すのはそれぞれの専門分野の研究者人脈に精通していることが必要なので、領域アドバイザーの先生方の専門分野における知識をお借りした。開発にかかる費用についてはそれが適正かどうか、今回提案されている研究費の規模にあっているかどうか（少ない場合も多い場合も）を領域アドバイザーの助言を得て十分検討した。本領域はカバーする分野が非常に広いので、違う分野の申請に優劣をどうつけるかは難しい問題であったが、あらかじめ採択する分野を想定していたことが、この困難を回避するのに十分に役立った。

2) 選考結果

1 年目は応募数 122 件の中から 6 チーム採択した。米田チームの研究は単一スピンを走査トンネル顕微鏡で検出するという野心的なもので、信号の検出限界に挑むきわめて基礎的な研究である。重川チームの研究はフェムト秒レーザーと走査トンネル顕微鏡を組み合わせ、材料におこる高速現象を原子スケールで観察する手法の開発で、時代の研究の方向に沿ったものである。下山チームの研究は、ESR の高感度性を生かして、NMR では得られない長距離の分子間の距離情報を得ようとするものである。高田チームの研究は、DVD の

ピコ秒での光記録過程等を構造的に解明する装置を開発し、光による消去過程を物理的に明らかにする研究で、実用研究に資する装置開発である。高柳チームの研究は、加速電圧 300kV で世界最高分解能 0.5Å を得ることを目指す装置開発で、アメリカの政府支援による TEAM プロジェクトと対抗しようとするものである。並河チームの研究は、物質の揺らぎや励起状態のピコ秒の時間相関をコヒーレント X 線で解明するための装置開発で、次世代の自由電子レーザーによる研究に先駆けるものである。

2 年目は応募数 69 件の中から 5 チームを採択した。瀬戸チームの研究は、連続光源である放射光を使って原子核の励起を利用して物質の状態を解明しようとするもので、メスバウアー法を Fe 以外の異なる核種でも行えるようにしようとするものである。高橋チームの研究は、光電子分光装置用の新光源を開発して、光電子分光法をバルク敏感型にし、合わせて物質のスピン電子状態を解明する研究である。バルクの電子状態を検出できるようにすることは光電子分光研究者のひとつの目標であり、スピン電子状態の解明は高温超電導体等の研究に有力な方法である。竹腰チームの研究は、固体材料の研究のための高感度 NMR 法とそのプローブを開発するもので、従来、タンパク質の構造研究に向けた高周波化とは違う NMR 法の開発である。内藤チームの研究は、走査型でなく投影型の質量分析カメラを開発し、物質分布を迅速に取得することを目指すもので、成功すれば実用的価値は高い研究である。福谷チームの研究は、固体の脆性などに重要な役割を果たす固体中の水素の 3 次元分布を、核反応を通してみようとするものである。この研究は、事前に想定した研究分野には無かったが、きわめて重要かつユニークな研究なので採択した。

3 年目は 34 件の中から 5 チーム採択した。採択最終年度に当たっては応募数が前 2 年度よりかなり減少した。前 2 年度に比べ、既に当該分野で実績のある研究者も含まれる採択となった。河田チームの研究は、物理的荷重による物質の状態の変化をプラズモニック走査顕微鏡で観察しようとするものである。小宮山チームの研究は、物質が発する超微弱なテラヘルツ光を計測する検出器の開発である。従来のテラヘルツ領域の研究はテラヘルツ光源の研究が多いが、本研究はテラヘルツ光のパッシブな検出を考えるとところがユニークな発想である。末永チームの研究は、高分子材料などの軟物質の観察を可能にする低加速電圧の電子顕微鏡を開発し、それに必要な色収差補正技術を開発しようとするものである。色収差補正技術はアメリカの TEAM プロジェクトでも開発を進めている技術で、早急な独自技術の開発が待望されている。宝野チームの研究は、材料・ナノデバイスのナノ領域の原子分布を 3 次元的に観察しようとするもので、従来は金属でしか成功していなかったこの手法を、レーザーアシストすることにより、半導体や絶縁体にまで、その応用範囲を広げようとするものである。水谷チームの研究は、二つの異なる周波数の光を物質に照射し、発光する微弱な和周波光を観察して、特にキラルな状態を選択的に観察しようとするものである。

3 年間にわたって採択された課題はかなり広い分野にわたっているが、走査顕微鏡に関する提案件数はきわめて多く、優秀な研究も多かったことから、この分野から 3 件採択した。

もちろんそれらの研究内容には全く重複はない。電子顕微鏡に関しては、その装置作製は日本のお家芸といわれていたが、近年、外国メーカー特に FEI 社の成長が著しく、アメリカの TEAM プロジェクトを背景にしてさらなる世界制覇に乗り出している。緊急で根幹になる技術である球面補正および色収差補正技術を含めた電子顕微鏡の開発研究を 2 件採択した。その他の分野では採択を各 1 件にとどめた。想定外の研究課題として、上に述べた課題“水素の 3 次元検出の顕微鏡”を採択した。

ナノメータ評価・分析技術

構造解析

- (1) STM, AFM, MFM, キャパシタンス-M
- (2) TEM, STEM, REM, SEM
- (3) RHEED, LEED, TED, CBED
- (4) atom-probe FIM
- (5) ion-scattering
- (6) EXAFS
- (7) EXELFS
- (8) X線定在波法
- (9) X線回折+MEMイメージング
- (10) 赤外分光
- (11) ラマン分光
(特にマイクロプローブラマン)
- (12) 電子チャネリングパターン
(粒界の分布像を出す)
- (13) 小角X線 (for nano-granular materials)
- (14) EBIC (電子線励起電流像)
- (15) 光電子顕微鏡、光電子回折、
光電子ホログラフィー
- (16) NMR

電子状態

- (1) XPS, UPS, その逆過程
- (2) ペニングイオン電子分光
- (3) X線吸収端分光 (XANES)
- (4) EELS
- (5) 2次電子放出分光
- (6) CL
- (7) PL
- (8) Deep Level Transition Spectroscopy
- (9) ESR
- (10) テラヘルツ

組成

- (1) Auger
- (2) EPMA
- (3) SIMS
- (4) RBS
- (5) グロー放電質量分析 (GDMS)
- (6) 電子衝撃脱離 (ESD)
- (7) 陽電子消滅
- (8) 蛍光X線法
- (9) レーザーイオン励起 MAS

7. 領域アドバイザーについて

氏名	所属	役職	任期
雨宮 慶幸	東京大学大学院 新領域創成科学研究科	教授	平成 17 年 6 月～
市ノ川 竹男	早稲田大学	名誉教授	平成 16 年 7 月～ 平成 22 年 3 月
一宮 彪彦	名古屋大学	名誉教授	平成 17 年 6 月～
大島 忠平	早稲田大学理工学術院	教授	平成 18 年 4 月～ 平成 20 年 3 月
交久瀬 五雄	大阪大学	名誉教授	平成 16 年 7 月～
茅 幸二	(独)理化学研究所 次世代スーパーコンピュータ開発実施本部	副本部長	平成 16 年 7 月～
黒田 孝二	大日本印刷(株) 研究開発センター	理事・ 主席研究員	平成 16 年 7 月～
巨瀬 勝美	筑波大学大学院 数理物質科学研究科	教授	平成 16 年 7 月～
坂田 誠	高輝度光科学研究センター	客員主席 研究員	平成 18 年 4 月～
末元 徹	東京大学物性研究所	教授	平成 16 年 7 月～
田中 信夫	名古屋大学エトピア科学研究所	教授	平成 21 年 6 月～
寺部 茂	兵庫県立大学	名誉教授	平成 17 年 7 月～
入戸野 修	福島大学	学長	平成 16 年 7 月～
橋詰 富博	(株)日立製作所中央研究所	主任研究員	平成 16 年 7 月～
平山 祥郎	東北大学大学院理学研究科	教授	平成 16 年 7 月～
山内 淳	京都大学／ (有)ミネルバライトラボマイクロ波応用計測部	名誉教授／ 部長	平成 16 年 7 月～

本研究領域は分野横断型の領域であり物質現象を扱うすべての分野を含んでいる。この

ような広い領域の計測、分析技術にすべて精通している方は居られないので、あらかじめ研究提案の分野を想定し、分野ごとに日本を代表する研究者で適切なアドバイスをしていただけるような方を領域アドバイザーとした。そのために領域アドバイザーの数は、他領域よりも多くなっている。本領域は装置や技術の開発を目的としているので、純粋な理論家の選定は避けた。

領域全体の運営に関する総合的なアドバイスをしていただける方として理研の茅幸二先生にお願いした。また、JST からの要請により、さきがけ「構造機能と計測分析」領域の寺部茂研究総括には、さきがけ領域との情報交換のために領域アドバイザーとして参加していただいた。

提案が予想される研究分野について、研究総括および JST の双方から領域アドバイザーの候補者を出し、双方で協議し選定した。結果として 6 割程度の領域アドバイザーを研究総括、残りの 4 割程度の領域アドバイザーを JST から提案のあった候補者から選んだ。開発される装置は将来民間で使われる可能性があるので、民間企業からの視点が必要と考え、領域アドバイザーを民間からも選出した。課題採択後、不足している分野を補強するために若干名の領域アドバイザーの補充を行った。大島忠平先生には補強のために領域アドバイザーをお願いしたが、健康上の理由から退任を申し出られたので、ご無理と判断し、途中退任いただいた。また、市ノ川竹男先生には、当領域の立ち上げ時には目指すべき内容について有益なご指導を頂き、その後も 2 チームの主担当をお願いしていたが、ご高齢のため体調を崩されたので、途中退任いただいた。市ノ川先生担当の高柳チームの主担当を研究総括が引き継ぎ、末永チームの主担当に田中信夫先生をお願いした。全領域アドバイザーの氏名は上の表に記した通りである。

8. 研究領域の運営について

(領域運営方針、研究指導、研究費の配分について)

CREST はトップダウン型研究ではあっても、各テーマ自体は研究代表者の提案によるものであり、研究者の自発的な発想によって展開されるべきものである。研究者の自発性を損なわないような管理、指導を念頭に置いて領域を運営した。ただ、課題採択の理由になった研究（提案）項目については、その完遂を常に厳しく求めた。

研究のより良い発展を図るために、各チームにつき主担当 1 名、副担当 2 名の領域アドバイザーを割り当て、年に 1 度以上サイトビジットを行った。サイトビジットでは各研究担当者から研究報告を求め、建設中の装置を見学し、研究が適正に行われているかをチェックした。研究報告の直後に、研究の進捗状況を領域アドバイザーで審議し、そのあと研究者を交えて、評価と今後の研究方向についてアドバイスを行った。また常に次のサイ

トビジットまでの達成目標を確認した。さらに領域アドバイザーによる具体的な技術指導、ノウハウの開示、適切な試料の提供など踏み込んだアドバイスを行った。それらの指摘を率直に受け入れ、前向きに対応した研究者の態度は素晴らしかったし、相互の協力関係は大変良いものであった。その協力関係ゆえに直面していた問題を克服できた例が数々あった。研究代表者には報告のパワーポイント資料の提出を求め、領域アドバイザーには後日サイトビジットレポートを提出していただき、JST の担当者は領域アドバイザーによる審議内容及び研究者を交えた討論のメモを作成し、現状の把握と次回以降への資料とした。これらの資料は研究総括、領域アドバイザーおよび JST で共有した。進捗状況が思わしくないチームに対しては、さらに頻繁なサイトビジットを行い、また定期的な進捗状況の報告を課すなど、強い指導を行った。

年に 1 度、各年度に採択した全課題の研究者を集め進捗報告会を行った。各研究チームの進捗状況を領域アドバイザー全員の前で報告していただき、質疑・応答を行い、直後に全領域アドバイザーによる討論、評価を行い、以後の研究へのアドバイスとして纏めた。それらを、主担当領域アドバイザーから研究代表者に通知し、上記の討論を踏まえたアドバイスを与えた。主、副担当領域アドバイザーには、所定の様式による評価以外に、担当研究チームについて所見を書いていただいた。進捗報告会に引き続いて交流会を行い、領域アドバイザーを含めた研究者相互の自由な意見交換、意思の疎通、及び討論の場を提供した。

サイトビジット及び進捗報告会は研究チームに適度な緊張感と研究の状況の整理の機会を与え、研究のより良い進展に高い効果を発揮した。研究領域の運営において、下山チームや水谷チームの課題中止、高橋チームや宝野チームの研究期間延長など、重要な決定については、事前に担当の領域アドバイザーとサイトビジット等で研究進捗状況を十分把握し、また研究チームとも十分な意見交換を行った上で、全領域アドバイザーの承認を得て行った。

研究の進捗状況を踏まえて、追加資金の必要性が生じた場合、研究総括が領域アドバイザーおよび JST 担当者と協議し、最終的に研究総括が判断して、効果的な追加資金の投入、配分を行った。良い成果が出はじめているチームには、研究を一層加速させるために追加の予算措置を講じた。研究者からの要求をそのまま受け入れるような予算措置は全く行わなかった。

領域内の連携については、他の研究領域と違い研究分野が多岐にわたっており、研究者の興味が一致しないことから、相互に役立つようなミーティングを開くことは必ずしも容易ではなかった。そこで各研究チームの研究者が共通の関心を持てるように、機器開発、技術開発という点に特化して、互いの研究成果や問題点を披瀝しあうことで、研究者相互の情報交換と交流を図るワークショップを平成 21 年 4 月開催した。

研究成果の広報と公開については、公開シンポジウムを 2 回開催した。即ち、平成 22 年 3 月に“計測・分析基盤技術のフロンティア”として開催し、世界最高分解能、世界最高感度、

世界初の研究と題して 6 件の口頭発表と全課題のポスター発表を行った。講演者には専門外の聴衆に十分理解できるような発表になるよう指導した。会場はほぼ満杯になり、ポスター会場での討論も活発に行われ、てごたえを感じた。この結果を踏まえて、開催の意義は十分あると判断し、平成 23 年 3 月に第 2 回目の公開シンポジウムとして“計測・分析基盤技術のフロンティア 2011”を開催した。前回の口頭発表した以外の課題 6 件を選択し、口頭発表を行い、全課題のポスター発表、加えて各チームに所属する若手研究者をエンカレッジするために、若手研究者によるポスター発表を行った。講演及びポスターは非常に好評であった。領域アドバイザーからの指導と講演者の努力によって、講演は前回よりはるかに分かりやすくなり、広報の意義は十分に果たせたと考えている。

さらに、当領域の成果は、分析機器メーカーに有用な情報を提供できると考え、分析工業会主催の“分析展”での成果発表が有効と考え、平成 21 年 9 月にシンポジウムとポスター展示を行った。その時期までに成果が上がっていた 6 件の課題を選んで講演した。開催されたシンポジウムのうちで一番多くの参加者があったと主催者から報告を受けた。ただ、ポスター展示に各チームから 3 日間メンバーが立ち会うのは負担が大きすぎた。平成 23 年 9 月の分析展には前回の経験を踏まえて、前回発表した以外の課題について講演のみのシンポジウムを開催した。研究の内容は前回に引けをとらないものであったが、参加者数が前回より多少下回ったのは残念であった。平成 23 年 10 月には“サイエンスエキスポ関西”で、関西から採択した研究課題 5 件についての講演を行った。参加者からは活発な発言・質問があり、測定依頼や共同研究等に発展した例も生まれ、大変効果があった。

領域の運営は極めて円滑に協力的に良好に行われた。これはひとえに非力な研究総括に支援を惜しまなかった領域アドバイザーの献身的努力に負っている。約 4 割の領域アドバイザーは JST によって選定され、研究総括は事前に面識のない先生方であった。領域アドバイザーとの意思の疎通を図るために、特に上記の領域アドバイザーに対しては個別に訪問し、対話を重ねることによって研究総括の姿勢を理解して頂くよう努めた。本領域は、茅幸二アドバイザーの大局的なご指導によって支えられた。各担当領域アドバイザーには各チーム対して適切で親身な助言と指導をして頂いた。進捗状況に問題があると判断した場合には、事前に領域アドバイザーに集まって頂くなどして、問題点や対策を協議して、有効かつ適切できめ細かい指導がサイトビジットで行えるように準備した。このような進め方を通して、領域アドバイザーの指導は充実したものになっていったと考える。研究者側も、サイトビジットでの領域アドバイザーの研究への深い理解と鋭い指摘に、研究への取り組みが真剣なものになっていった。担当領域アドバイザーのサイトビジットへの欠席は皆無であり、全体で行われた進捗報告会や公開シンポジウムへの出席率は極めて高く、途中退席など殆どなかった。また各種のレポートも全て誠実かつ適切に書いて頂いた。これは領域アドバイザーが分析・計測の重要性を重く考えて、この研究領域の課題を自分のものとして受け止め、研究総括の多大な努力の要求にも真摯に対応して下さり、愛情を注いで下さったお陰である。このような領域運営をできたことは、研究総括として大変幸せで

あった。

9. 研究の経過と所見

多くの研究チームで、世界をリードし、世界のトップレベルの研究成果が得られている。以下に各チームの現在までの研究成果と所見について述べる。

1) 米田チーム

本研究は、スピントロニクスや量子コンピュータの基礎になると期待される単一のスピン・単一分子の振動を検出・制御する電子スピン共鳴―走査トンネル顕微鏡 (ESR–STM) 装置を開発して、原子分子単位の超微細分析を行うことを目的とするプロジェクトである。ESR-STM 信号検知処理技術 (東北大)、RF 信号処理を最適化した STM ヘッド (理研)、分子追跡システム (東大) を統合して、トンネル電流に反映される Larmor 歳差運動の周期を高精度で検知することで単一スピンの存在とそのスピンのまわりの環境による周波数の変化を精度よく検知する低温超高真空対応 ESR-STM システムを東北大に構築した。

この装置を用いて、孤立したスピン検出に成功した。すなわち、シリコン表面に極微量、酸素原子を吸着した場合では、酸素吸着に起因する Si の ESR 信号が、酸素原子が最表面に吸着した場合と最表面のシリコン原子の下に吸着した場合とで、異なることを世界で初めて明らかにした。この成果はインパクトの高い Applied Physics Letters に発表され、A.V. Balatsky らの Review (Electron Spin Resonance- Scanning Tunneling Microscopy (ESR-STM), Adv. Phys.) にも紹介されるなど、世界的に注目されている。単一スピンの検出はプローブ顕微鏡を用いたものに限ってもいくつかの手法でしのぎを削っているが、本プロジェクトで開発した Larmor 歳差運動を検出する手法は、単一スピンの検出の最適な手法の一つとして世界的に認識されつつある。

分子スピンは、分子スピントロニクスへの応用から関心がもたれるが、電子線ダメージが大きく電子顕微鏡観察の例はほとんどない。今回開発した装置を用いて単一分子磁石であるテルビウム錯体 (bis(phthalocyaninato) terbium(III) complex (TbPc2)) において、有機配位子 1 個から生じるスピンおよびその近藤効果を検出した。さらに、電流を分子に注入することでスピンのオン・オフ状態を制御できることを見出して、有機分子のスピンの検出と制御のデモンストレーションに成功した。その結果は Nature Communications に掲載された。

単一分子の振動分光においては、世界最高の感度(従来比約 100)とエネルギー分解能 1meV をもったスペクトルが得られ、アルカンチオールについての測定結果は Physical Review Letters 誌に掲載され、新聞発表も行われた。高性能 STM 開発の副産物として質の高い STM 像が得られるようになり、電子干渉についての成果が Physical Review Letters 誌に掲載された。

2) 重川チーム

原子スケールの空間分解能を有するが時間分解能はミリ秒程度が限界であった走査トンネル顕微鏡 (STM) とフェムト秒までの時間分解能を有する光ポンプ・プローブ法を組み合わせ、時間分解能と空間分解能をともに有する測定装置を実現しようとするプロジェ

クトである。

走査トンネル顕微鏡の発明以来、ベル研究所や IBM をはじめとし、多くの研究者が、STM に超短パルス光を組み合わせることで、時間・空間両領域で極限的な分解能を持つ顕微鏡を開発する試みに取り組んできたが、熱膨張や変位電流の問題など解決すべき障壁は高く実現は不可能であった。二つのパルスの遅延時間を変調する方式で熱による影響を除去し、さらに新しい光パルスピックアップ法を導入することで広い時間範囲での測定を可能にした。この方法については特許（外国特許を含む）を出願しているが、本装置のみならずレーザーパルスを用いるすべての測定に応用可能なものであり、汎用性の高い特許になると思われる。

この装置を用いて GaAs 表面の単原子ステップにより近傍のキャリア寿命が短くなる現象を捉えることに成功し、ナノ秒の寿命の変化を数ナノメートルの空間分解能で測定した。さらに、低温成長 GaAs を用いピコ秒のキャリア寿命が測定できることを確認した。これらの実験は既存の装置では測定できなかった時間分解能と空間分解能が新たに作製した装置で達成できることを示したものである。その後、Co ナノ粒子/GaAs のギャップ準位を通じたホール捕獲レートを原子レベルの空間分解能で求めた結果が Nature Photonics に Interview 記事とあわせて掲載された。重川氏は平成 22 年度日本表面科学会学会賞を受賞した。

3) 下山チーム

パルス ESR 分光法を使用して、多量子遷移(MQC)を誘起し、スピン間の双極子相互作用の応答を観測して巨大分子（たんぱく質）の距離情報を得るプロジェクトである。感度向上のため、ESR の使用マイクロ波周波数を Ku バンド（17.5GHz）に設定して装置開発を行った。MQC を有効に観測するには広帯域励起が必要なので、非常に狭いパルス幅のマイクロ波パルスと共振器に対して非常に高いマイクロ波磁界が不可欠である。Ku バンドパルス ESR の性能として、1) 2ns パルス幅、2) マイクロ波磁場 $B_1 \sim 5\text{mT}$ 、3) 帯域 $> \pm 120\text{MHz}$ を達成し、4) 位相サイクルの精度の改良をおこなった。加えて高速データ処理に関する開発を行った。X-バンド（9GHz）との感度比較において SN 比 5.3 に達し、高速化により積算所要時間は半減した。

この装置を用いて、多量子遷移のうち 2 量子遷移（DQC）エコーを観測し、そのフーリエ変換から電子スピン間の距離を求めた。27.5 μm の標準試料について変調振幅と距離誤差が改善されたことを確認し、もう 1 つの距離測定法である 2 重共鳴(PELDOR あるいは DEER)よりも精度がよいことを示すことができた。応用研究ではトロポニン C たんぱく質のスピンラベル体（距離 4~7nm）での DQC エコーの測定に成功した。また試料自身による緩和時間のために少し精度は悪いが、ATPase では 56 μm の距離観測を記録し、目標とした 50 μm 以上の距離測定に成功した。

上記の広帯域励起の開発については専門誌である Journal Magnetic Resonance 191 (2008)

1-8 に、計測の高速化の開発については Review of Scientific Instruments 79 (2008) 1-8 に掲載された。また 2008 年の電子スピン学会(SEST2008)においてミニシンポジウムを開催し、成果発表を行った。

中間評価において、当初予定していた Q バンド(35GHz)-MQC 装置の開発は残された研究期間で着手し期待される研究成果を得ることが困難であると判断されたこと等から、研究を Ku バンドの範囲に留め、H19 年 9 月末で研究終了とした。

パルス ESR は軍需技術との関連が深くアメリカ、ロシアが先進国であり、日本のメーカーでの開発は困難を伴ってきた。今回の産学協同での研究開発により、大学における数少ないパルス ESR 技術をメーカーに移転できた。本研究で開発した Ku バンド (17.5GHz)-ESR-DQC 装置開発は完成の見通しが立ち、実用化が期待できる。今後は、多くのサンプルを測定し、巨大分子への応用研究あるいは先端機能性材料への展開を図り、開発装置の有用性を高めていくことが期待される。研究終了後も、研究者および日本電子(株)へ、その後の状況についての追跡調査を行った。特に日本電子(株)からは、国際会議などでの日本電子(株)のパルス ESR の発表が高く評価され、日本電子(株)のこの分野でのステイタスの向上と関連製品の販売増加につながっているとの報告を受けた。

4) 高田チーム

SPring-8 の高輝度放射光 X 線光源を用いた時間分割 (ピコ秒)・空間分割 (サブミクロン) のピンポイント構造計測システムを開発し、それを DVD 材料の光記録の構造ダイナミクスの解明等に应用するプロジェクトである。

X 線パルスとレーザーパルスを同期するシステムを開発し、任意の時間遅延時間において $40 \pm 8\text{ps}$ の精度を実現し、X 線ビームサイズは実験目的によってサブミクロンと数ミクロンを選択でき、いずれも世界最高レベルの X 線強度を実現した。この装置を用いて、DVD 材料の光記録の原理である、高速 (ナノ秒) のアモルファス ~~結晶~~相変化現象(消去過程に相当)の時分割実験に成功し、速い相変化速度と関連がある新しい結晶化過程を見出した。成果は欧文雑誌 Applied Physics Express に 2008 年発表し、新聞報道も行われた。この高度な計測技術は、1) 今回開発し製品化された時分割実験の精度を数ピコで制御できる高精度高周波遅延器 (特許 第 4746451 号)、2) 今回作製した効率のよい X 線集光のためのフレネルゾーンプレート、および 3) DVD に関する松下電器産業 (株) (現パナソニック(株))との密接な連携研究によって実現され、DVD 材料の光記録メカニズムの構造相関のドイツ、フィンランドとの国際共同研究成果 (Nature Materials(2011)) に結実させた。

また、このシステムにより、Co-Fe シアノ錯体の光誘起現象である格子と電荷のピコ秒ダイナミクスの同時計測 (Appl. Phys. Express (2010)) に成功した。その後、高田氏が主導して、SPring8 の X 線パルスを 1kHz から 208kHz へ高速化して切り取ることができる小型高速チョッパを開発し、それは、別の単結晶構造解析ビームラインでの時分割計測に効果的に利用された。たとえば、圧電体結晶 (BaTiO_3) にかかる電気パルスと X 線パルスを高

繰り返し・高精度で同期させた実験を行い、BaTiO₃の圧電振動の瞬間の原子の振る舞いを、100 万分の 1 秒の時間分解能で計測することに成功した (Jpn. J. Appl. Phys. (2011)。これらの成果はいずれもプレス発表された。このように、本 CREST で開発した計測システムは、SPRING8 での測定系に発展的に用いられており、その波及効果は大きい。これらは世界的に非常に高いレベルの成果である。

なお、本研究により製品化された「高精度高周波遅延器」は、東大、阪大、電通大等、国内の大学等に既に計 16 台販売されている。

5) 高柳チーム

結像系と照射系の対物レンズの球面収差を補正する機能を装備した 0.5 μ m(=50nm)の空間分解能を持つ TEM(透過電子顕微鏡)/STEM(走査透過電子顕微鏡)の両機能を同時に備えた加速電圧 300kV の電子顕微鏡を試作するプロジェクトである。

非対称型 12 極子収差補正装置を独自に考案し、Rose-Haider らの対称型より高性能な収差補正技術の開発に成功した。さらに、300kV 加速の冷陰極型電界放射電子銃を新たに開発し、0.5 μ m 分解能電子顕微鏡の開発に成功した。

開発された電子顕微鏡は以下の技術的要素をもつ。●0.47 μ m の世界最高の分解能を STEM 像で確認。●STEM 像の収差補正を行う収差自動制御システムを構築。●開発された電子銃について、8 時間のプローブ電流値変化は 10%に抑えられ、定量観察や定量分析が可能。

開発された電子顕微鏡による物質観察では、次の成果が得られた。●シリコンデバイス内ヒ素ドーパント原子を STEM 法で直視することに初めて成功。3 次元構造の可視化能力があることを使って、アンチモンドーパントのクラスター形成を見出した。●リチウムイオン電池の電極材料あるいはスピネル型電極で、個々のリチウムイオンコラムの観察に初めて成功。観察には Annular-Bright-Field 法を使用した。●STEM の環状暗視野法を用いて、原子一つずつを観察できることを示した。像強度の定量的観察を行って、元素同定する Z-コントラストを使用した。●TEM モードでの収差補正は、Zemlin-Tableau による収差計測・補正システムを採用した。Young-Fringe テストにより、50nm の情報まで伝達していることを確認した。

この分野での日本の技術レベルを本研究によって世界のトップクラスに導いた意義は大きい。リチウムイオンコラムの直視は、開発された技術によって初めて可能となったもので、エネルギーや環境材料開発への基盤技術として大きく貢献した。

日本電子(株)は米国ミシガン大学および英国シェフィールド大学から、本研究で開発した電子顕微鏡を受注した。高柳氏は期間内に紫綬褒章を受章した。

6) 並河チーム

ダブルターゲット方式プラズマ軟 X 線パルスレーザーの高いコヒーレンスと短パルス性を利用して、他の光源では実現できない新しい軟 X 線分光法を実現しようとするプロジェ

クトである。

軟 X 線パルスレーザーの 2 連パルスを生成して誘電体試料に照射し、物質中に生成された分極の空間揺らぎに起因するスペックルについて、第 1 パルスと第 2 パルスからのスペックル強度の時間相関を調べて、誘電体分極の極めて短い (10ps~1ns) 緩和時間を求めるポンプ・プローブ型の強度相関分光法の実現するための測定装置を開発した (Rev. Sci. Instrum.)。

さらに、この装置を用いて、BaTiO₃ の相転移の前駆現象として現れるナノスケール分極クラスターの相転移の臨界領域における緩和時間の測定に成功した。緩和時間の温度依存性を詳しく調べた結果、分極クラスターの分極の大きさが転移点より 4K 上でピークを迎えてそれより低温側で減少していくのに対応して、相関時間もまた同じ温度で急速にピーク (90 ピコ秒) を迎え、低温側で再び短く (~10 ピコ秒) なる臨界緩和の現象を発見した。この成果は、同チームの那須奎一郎氏によりあらたに展開された理論 (Phys. Rev. B) によって解析され、Physical Review Letters 誌に掲載され、また、新聞報道も行われた。この知見にもとづき、BaTiO₃ の相転移の機構に関し、相転移前駆現象としてのクラスターの時間空間揺らぎというこれまでにない新しい観点を提起した。

この成果の発展形として、並河氏らの提案による、スピン系・電荷系の相転移にも適用できる X 線自由電子レーザーを用いたポンプ・プローブ型の強度相関分光法の研究が、理研の「X 線自由電子レーザー利用装置提案課題」として 2011 年に採択され、準備が進められている。

7) 瀬戸チーム

放射光を利用した核共鳴散乱法の新しい分光法を開発するプロジェクトである。具体的には以下の 4 つのテーマを展開した。その成果としては、

1. 高エネルギー核種における核共鳴散乱・吸収分光法の開発研究では、Ge-73 の核共鳴吸収スペクトルの観測に成功した。これにより、低エネルギー核種に限定されていた核共鳴散乱測定が 80keV 程度の高エネルギー核種にまで可能となり、対象となる核種が飛躍的に増えた。また、この方法を用いた希土類水素化物の研究など、応用研究への拡がりを見せている。
2. neV 超高分解能 X 線分光法の開発研究では、neV オーダーの超単色 X 線を生成し、4 つの検出器を配置して異なる 4 つの運動量遷移を同時測定可能な時間領域測定法を開発した。これを用いて、過冷却状態におけるイオンのスローダイナミクスを準弾性散乱スペクトルの温度変化として観測した。さらに、液晶の秩序状態におけるダイナミクスについての研究も行い、他の方法では測定不可能な大きい運動量遷移を測定している。
3. 顕微分光法のための超単色 X 線の生成と利用に関する研究では、開発した高出力核ブラッグモノクロメーターにより、多層膜中の Fe 単原子層のメスバウアー分光を可能にし、Cr-Fe 界面の Fe の磁性についての研究を実施した。

4. 多核種核共鳴非弾性散乱法の開発研究では、鉄系高温超伝導体の Fe-フォノン状態密度を測定し、強い電子・格子相互作用が存在しないことから超伝導が主としてフォノンによるものではないとの考察を国際学会などにおいて招待講演で発表した。

以上の研究成果を中核として、研究代表者は平成 22 年度大阪ニュークリアサイエンス協会賞（ONSA 賞）を受賞した。また、CREST 研究終了後も、「1000 万分の 1 秒程度の時間で起こるソフトマター中での分子レベルの異方的な運動性を観測することに成功」とのプレス発表を行っており、本研究の成果を基にした研究が発展的に行われている。

8) 高橋チーム

本研究は、キセノンプラズマ放電管を開発して、バルク敏感の高分解能光電子分光装置を開発し、さらに、その光電子をスピンにまで分解して計測しようとするプロジェクトである。新型のキセノンプラズマ放電管を 4 号機まで作製し、8-10eV の範囲で非常に高強度で長寿命（1000 時間以上）の発光を実現した。開発した光電子分光装置において、分解能では、当初の目標である 1meV を超える 900 μ eV を到達した。角度分解検出では、一回で測定できる角度範囲が ± 7 度で、ブリューアンゾンの 1/3 程度をカバーできるシステムを完成した。この装置を用いて、Yb および CoS_{2-x}Sex 試料についてバルク敏感性を検証した。

モット検出器においては、ターゲット改良、ノイズ対策、漏洩磁場評価などを行い、電子散乱効率 $I/I_0=4.6 \times 10^{-2}$ を達成した。さらに、電子分析器、電子偏向器、モット検出器、キセノン放電管、試料マニピュレーターを含むシステム全体でマッチング調整を行い、スピン分解光電子分光装置として世界最高のエネルギー分解能 8 meV を達成した。鉄系超伝導体やグラファイト層間化合物などを中心とした新規超伝導体、グラフェン、表面ラッシュバ系、トポロジカル絶縁体などの新機能的物質やスピントロニクス関連物質の高分解能角度分解光電子分光実験を行い、フェルミ準位近傍における微細電子構造を決定して、物性発現機構との関連を明らかにした。これらの成果は、Nature Physics 誌をはじめとする多数の論文、および国内外会議の招待講演において発表された。現在、米国やドイツなど世界各地からの研究者の見学や問い合わせが相次いでおり、世界的に極めて高い評価を得ている。また、国内の新聞でも報道された。

9) 竹腰チーム

微量試料を含む固体 NMR の高感度化、および四極子核を含む固体 NMR の多核化を目指すプロジェクトである。第一の研究目標は、測定サンプルは温度可変とし、検出コイルを低温に冷却して、検出コイルから発生する熱雑音を低減させることにより、固体高分解能 NMR における信号対雑音比を向上させ、本計測手法を、これまで計測が困難であった化合物などへと計測対象を広げることである。これに対し、本チームは、サファイアのコイルボビンを使用し、低温で使用できるデュプレクサ（送受信切替器：特許出願中）を新規開発して、検出コイル、デュプレクサ、プリアンプのすべてを冷却したことにより、市販の

プローブの約 3 倍の SN 比を達成し、測定時間を約 1/10 とすることに成功した。

第二の研究目標は、直径が 1mm 以下のマイクロコイルを送受信コイルとし、試料と共に高速回転することにより、微量の試料においても、高い信号対雑音比の固体高分解能 NMR 信号を得ることである。これに対し、本チームは、マイクロコイル MAS プローブの開発および改良を行った。マイクロコイルが強い高周波磁場を発生できることに着目して、強力な高周波磁場を自在に操ることの出来る NMR 分光計を自作した（論文発表 2 件）。これにより既存の分光計では実施困難であった複雑な多重パルス高精度良く実現することに成功した。さらに、微小コイルで実現する極めて強い高周波磁場を利用した四極子核の高分解能測定法の研究を行っている。また、整数スピンの微小コイル法も開発した。

国際会議での招待講演があり、国内・国外特許も取得・出願しており、十分な成果が上がっている。また、低温検出コイル法はその汎用的な実用性が認められて、先端計測分析技術・機器開発プログラムに採用（平成 23～25 年度）された。現在、商品化を目指した実用化研究開発が行われている。

10) 内藤チーム

位置分解能 0.1 μm 、質量分解能 ($m/\Delta m$)10000、測定時間 10 分以内の機能を持つ投影型質量顕微鏡の実現を目指すプロジェクトである。MALDI イオン源と一体化した構造で電場入口出口のフリンジングフィールドを考慮したシャントを持つ 2 号機すなわち多重周回飛行時間型質量分析計 (MULTUM-IMG2) を、高い機械精度で製作し、ほとんど歪みの無いイオン像を得ることができた。また、飛行時間型で質量分解能を改善するために従来用いられている遅延引出し法と同等の空間収束・時間収束の作用を持ち、かつ、イオン像が壊れない新規なイオン引出し法(引出し後差動加速法)を考案し、多重周回による効果と合わせて質量分解能を向上させることに成功した。

厚さ 1.5 μm のアルミ箔に収束イオンビームを用いて 1 μm 幅の線を 1 μm の間隔で 2 本刻み、これをマスクにして下地の色素試料からの脱離イオンの像が 2 本の線になっていることで空間分解能 1 μm を確認した。このときのマススペクトルのピークの半値幅から質量分解能 10000 を確認した。生体試料であるマウス肝組織切片から、生成するイオンについて、低質量のみであったが、質量ごとに肝細胞や胆管や門脈血管などの像を得ることができ、光学顕微鏡で観察された形状に一致することを確認できた。

投影型質量顕微鏡ではオランダのグループが空間分解能数 μm 以上、質量分解能 $M/\Delta M$ = 数百を実現しているが、1 μm を達成するのは相当難しいというのが質量分析分野での常識になっていた。一方、市販装置は走査型で、空間分解能最高 5 μm での像を取得するには数時間が必要である。これらの装置と比べて、本研究で開発された装置は、標準試料について測定時間十数分で空間分解能 1 μm 、 $M/\Delta M$ =10000 を達成しており、卓越した性能が得られている。今後、数百以上の分子量のイオンが測定されるようになれば、細胞レベルの脂質の分布測定や薬物動態が可能になり、医学、薬学への応用が進むことで、大きな社会的

インパクトが期待できる。

1 1) 福谷チーム

^{15}N イオンと水素原子との核共鳴反応を利用して、固体中の水素の 3 次元分布を可視化する水素顕微鏡を開発するプロジェクトである。高速 ^{15}N イオンビームとして、東京大学工学系研究科タンデム加速器施設に新たにマイクロビーム用ビームラインを建設した。ビームをマイクロビーム化して面内分解能を高めるために、短焦点レンズ系とガラスキャピラリーを用いた光学系を構築し、 $10\mu\text{m}$ 径のビームを実現した。 ^{15}N ビームのガラスキャピラリーを用いた収束法は本研究で始めて開発されたものである。キャピラリーの低ガスコンダクタンスを利用して、 80mbar のガス雰囲気下で、深さ分解能 20nm 、面内分解能 $25\mu\text{m}$ で水素の空間分布計測に成功した。その後、新たに Au コート SiN 隔膜を開発し、これを用いてビームを大気圧下へと取り出し、1 気圧のガス雰囲気下で試料中の水素分布計測に成功した。これらの値は世界最高レベルの性能であり、また分析の汎用性という点でも従来にないユニークな分析法となっている。

開発した手法を、1. Pd 中への水素吸収のその場観察、2. 金属ガラス疲労破壊面の水素 3 次元分布計測、3. 半導体デバイス中の水素分布とデバイス特性との相関、に応用した。水素の局所分析が可能な方法として弾性反跳検出法があるが、本手法はそれに比べて、深さ分解能とガス雰囲気測定への適応性という点で格段に優れている。この手法は、国内外の研究者や企業の注目を集め、共同研究や利用の希望が寄せられている。既にいくつかの企業とは共同研究を進めている。国際会議での本研究の招待講演数もあり、国際的にも評価されている。

1 2) 河田チーム

プラズモニク走査分析顕微鏡の性能を最大限に引き出し、試料に圧力を印加し、その歪みを光学応答の変化としナノイメージングするプロジェクトである。試料分子にピコニュートンレベルの力を印加したときの分子の歪みを光学応答の変化として検出し、ナノ材料を 4nm の空間分解能でラマン散乱イメージングすることに成功した。

さらに、プラズモニク走査分析顕微鏡では走査トンネル顕微鏡などと異なり、ラマン散乱の強度として現れる形状の情報以外に、スペクトルとして現れる情報（カラー情報）があることに着目し、カーボンナノチューブ及びシリコンデバイスの歪み分布をカラー画像化することに成功した。また、金粒子の細胞内での自由な動きを利用することで、全く新しいタイプの生細胞の 3 次元イメージング法を提案し実現した。この手法は、生きた細胞の動作をナノスケールで、しかも、時間分解で観測できる技術であり、生命科学や医療の分野に革新的な影響を与えることが期待される。金属ナノワイヤを扇形状に束ねたナノレンズによる非走査イメージング、アルミプローブを用いた深紫外イメージング等へも研究を積極的に展開した。

光学顕微鏡の国際会議（FOM2008）での JST スポンサーセッションの開催、160 件を超える招待講演、プラズモニクスに関する本の執筆と成果のアピールをエネルギーにしている点は特筆に値する。論文発表も活発で Science, Nature Photonics や Physical Review Letters などの一流誌へ論文を多数発表している。期間中に紫綬褒章や江崎玲於奈賞など大変大きな賞も受賞した。

1 3) 小宮山チーム

半導体量子構造を利用した新たなテラヘルツ計測技術を創出するプロジェクトである。具体的には、従来型検出器に比べて桁違いの高感度を有する検出器ラインアップを実現し、さらにアレー化を試みる。また検出器の応用としてテラヘルツ顕微鏡を開拓する。

赤外線による励起キャリアを量子井戸に蓄積し、その電荷を、近傍を通る電流の変化として検出するという新しい原理（CSIP: 電荷敏感型赤外トランジスタ方式）により、従来のあらゆる赤外線検出器に比べて、感度だけでなく、信号のダイナミックレンジ、動作温度、異なる波長の設計可能性など、多くの点で優れた特性を持つ検出器を開発した。また量子井戸幅を制御することで、検出波長を 12 μm から 45 μm の帯域に拡大して応用可能性を高めた。さらに波長 15 μm の検出器については当初目標の 20x20 画素のアレー素子の作成に成功した。これらの一連の結果は、Sensors & Transducers Journal 特別号（Special Issue）の招待論文および Japn. J. Appl. Phys. Rapid Communication に掲載された。

開発した検出器を応用して、波長の 1/250 の空間分解能(60nm)を有する超高感度の散乱型走査光学顕微鏡(s-SNOM)を実現した。この装置により、外部光源による照射を行わずに、常温の金属や誘電体が表面近傍に平衡状態で有する熱励起エバネセント波を世界で初めて検出して 2 次元画像を得、その特性が理論予測と合致することを見出した。

今後、検出器は天体観測用として応用が広がる可能性があり、顕微鏡は物質表面状態の新たな評価手法を与える手段として、またナノスケールの温度分布計測法としての応用が期待される。以上の成果の一部は国内特許が認められ、また PCT（特許協力条約）出願を経て指定国移行（米国、EU など）の申請を行っている。また日経産業新聞（2008 年 5 月 14 日）で紹介されたほか、多数の国際会議から招待講演の依頼を受けている。

1 4) 末永チーム

30kV から 60kV の低加速電圧で球面収差と色収差を同時に補正できる TEM/STEM の機能を備えた透過電子顕微鏡を開発し、ソフトマテリアルの分子構造の解析やその挙動を観察することを目的とするプロジェクトである。

新設計による球面収差と色収差を補正できるシステムを設計・開発した。まず、新型球面収差補正装置を開発し、球面収差および 6 回非点の高次収差を補正し 70mrad まで位相の揃ったビームを作り出すことに成功した。平成 21 年 3 月には開発した新型球面収差補正装置を装備した電子顕微鏡を作製し、30kV で 0.11nm、波長比でいうと世界最高の空間分解能

を達成した。平成 22 年 3 月には色収差補正器も搭載した電子顕微鏡を試作し、加速電圧の変動を $\pm 25\text{V}$ の範囲で色収差係数をゼロにできることを確認した。この応用として、厚い半導体回路試料を高いコントラストで観察することに成功した。球面収差および色収差に加えて高次収差まで補正できる電子顕微鏡は本装置が世界初である。これらの装置を用いて軽元素からなる物質の構造の観察と分析を行った。すなわち、フラーレン分子を破壊することなく元素同定を行い、フラーレン分子内の金属単原子を電子線エネルギー損失像として可視化することに成功した。さらに、グラフェン端のカーボン単原子の電子構造の解析などに応用した。これらの成果は、*Nature Chemistry* 誌 (2009) や *Nature* 誌 (2010) などに掲載された。またヨーロッパ顕微鏡学会での基調講演 (2008) や国際電子顕微鏡学会 (2010) などで招待講演を行った。末永氏は平成 22 年度つくば賞を受賞した。また、第 8 回日本学術振興会賞を平成 24 年 2 月 27 日に受賞予定である。

15) 宝野チーム

高電界下でフェムト秒レーザーにより励起する電界蒸発を用いたレーザー補助広角 3 次元アトムプローブ (LAWA-3DAP) 法を開発し、従来以上の広領域の分析を可能にするとともに、これまで 3DAP 解析において困難であった難分析金属、半導体、セラミックスとそれらのデバイスへの応用を目指したプロジェクトである。3 次元アトムプローブ(3DAP)では原理上導電性針状試料が必要とされ、半導体、絶縁体、それらの構築物であるデバイスの 3 次元原子レベル解析を行うことができなかった。この制約を克服するために、フェムト秒レーザーにより針状試料からの電界蒸発をアシストする、レーザー補助広角 3DAP を開発した。また紫外光レーザーを用いることで絶縁体試料の 3DAP 解析が可能であることを初めて実証した。収束イオンビーム法による微細加工法を用いて、バルク・薄膜・デバイス中の任意領域から針状試料を作製する手法を確立し、それと開発した LAWA-3DAP を併用して、さまざまな酸化物材料・デバイスの 3 次元原子トモグラフィー観察を成功させた。具体的には、セラミックス材料中のドーパント解析、GaN/GaInN 量子井戸構造の欠陥近傍の多層膜構造解析、希土類磁石材料の結晶粒界組成の定量解析などを成功させ、材料科学上のインパクトある成果を挙げた。これらの成果は高い水準の国際誌に多数発表され、アトムプローブや磁性材料における権威ある国際会議でのプレナリー講演を行った。また本研究で実証された紫外光レーザーアトムプローブは、商用装置としても普及しつつある。

16) 水谷チーム

光和周波発生現象を用いて高機能化した光学顕微鏡を開発し、光和周波顕微鏡の特徴である物質のキラルな部分を選択的に観察することを目的とするプロジェクトである。具体的には、顕微鏡の高感度化と自動光掃引技術、および光第二高調波像の観測と組み合わせた表面電子状態と振動状態の同時観察装置、および超高真空槽中の試料が観察できる装置を開発した。赤外光源の出力増強、集光光学系の改良、自動光学パス合わせ機構の導入によ

り、目標の感度増強 200 倍を越える 270 倍を達成した。この装置を用いて、シリコン表面の水素終端を赤外光によりリング状に解離させた部分をつくり観察した結果、Si-H 振動領域で赤外周波数を変化させると、パターンがさまざまに変化することから、赤外光照射により Si-H が消失し、ダングリングボンドが生成されることを確認した。この結果は *Surface Science* に掲載された。また、共焦点光学系と組み合わせた共焦点光和周波顕微鏡を開発し、横方向約 2 μ m 深さ方向で約 5 μ m の分解能を確認することができた。この結果は *physica status solidi* 誌に掲載された。

10. 総合所見

本領域では、これまで大型研究の経験のない有望で比較的若い研究者の採択に努めた。また資金の豊かでない地方大学の研究者へも配慮した。研究費の過度な集中を避けるよう努めた。最終年度の選考においては応募申請件数が少なく、申請課題の内容の比較から、過去の大きなプロジェクトを行ったことのある研究者も採択することになった。

採択した若手研究者は本 CREST の効果もあって教授あるいは責任ある地位に昇任し、装置開発を遂行できる研究室が大学等に確保できた。このことは、本 CREST の大きな成果と言える。具体的には竹腰氏、福谷氏、瀬戸氏が教授昇任を果たし、高田氏は部門長に昇任した。また、各チームで直接研究に携わっている若手研究者に、機器開発への意欲と興味を植えつけられたことは、今後これらに研究者の進路に大きな影響を与えたと確信している。

地方大学からの課題を積極的に採択したが、地方大学での大型研究遂行の難しさを痛感した。地方大学での研究者は多くの職務を抱えており、その上優秀な若手研究者の確保が極めて困難であることを学んだ。もはやこのような状況では、特定のケースを除いては、人材を発掘しても大型研究を成功させる十分な組織を作ることは極めて難しいと思われる。

研究については、その提案書に基づいて研究の進捗状況を把握し、費用対効果も考えて、それ以上成果が見込まれないものについては、年度を切り上げて終了した。具体的には平成 16 年度採択の下山チームと平成 18 年度採択の水谷チームが該当する。前者においては、17.5GHz と 35GHz のパルス ESR の開発を目指したが、チームの運営に円滑さを欠く点も見られ、35GHz のパルス ESR 装置の開発は困難と判断して 17.5GHz のパルス ESR のみにとどめた。ただし、この周波数帯の技術は軍事技術であり、大学の持っている数少ないパルス技術をメーカーに移転できた。研究打ち切りで生じた約 7,000 万円の資金は他の研究に有効利用した。後者においては、和周波顕微鏡の感度を従来性能に比べて 270 倍まで引き上げることに成功した。しかし、キラリティーの観察までは至らないと判断して、中間評価後 1 年間の観察期間を経て中止した。本チームは、平成 18 年度、特に地方の研究者を勇気づけるために、追加措置として採択した課題である。領域アドバイザーともども期待をかけたが、中間評価までに思わしい成果が見られなかった。その原因の一つは、実働部隊で

ある若手研究者が定着せず、また地方ゆえに優秀な研究者の確保が難しいことにもあった。そこで、中間評価後領域アドバイザーを 1 名増強し、サイトビジットの頻度も増やし、実験指導までも行ったが改善が見られなかった。そこで、中止に向けて研究代表者と対話を重ね、所属 PD の他への就職決定を見届けて本課題を終了した。節約の金額は約 2,000 万円であった。研究総括主導による研究期間の短縮は本 CREST が初めてとのことであるが、当初の目標通りの成果が見込めない場合には、研究から撤退するのが正しい姿であると考えてあえて断行した。短縮終了には、研究総括、領域アドバイザーおよび事務方は相当な労力とエネルギーを費やした。

他方、宝野チームの期間延長は極めてポジティブなものであった。研究の初期には目標の達成に対する危惧があったが、紫外光フェムト秒レーザーアシスト電界蒸発によって半導体、絶縁体の 3 次元元素分析の成功に到達した。本 CREST で開発した手法に基づいた宝野氏の応用研究は、元素戦略の CREST に採択された。また、高橋チームの研究は、バルク試料からの光電子分光を可能にするキセノンプラズマ放電管の開発と、分光した電子をさらにスピン分解する低加速電圧用のモット検出器の開発であった。すべて研究室レベルで自前での開発で、幾多の困難が立ちはだかった。そこで、研究を完結させるために 1 年間の研究期間延長を決定した。この決定は功を奏し、領域アドバイザーの適切な助言もあって、最終的に 8meV の世界最高分解能でスピン分解した光電子分光に成功した。

今回の CREST 研究の終了時にその目的を果たして研究が完結する場合もある。しかし、作製した装置を有効活用する大型研究、あるいは、装置開発をさらに進めれば一層大きな成果が見込まれる大型研究が望まれる場合もある。現状では CREST 終了後に大型研究を続けるのは、整合する領域がないこともあるなどの理由から、かなり困難である。本 CREST では、竹腰チームの研究が、先端計測分析技術・機器開発プログラムに採択され装置の実用化に進んだ。宝野チームの研究と高柳チームの研究は開発した装置を生かして材料研究の CREST プログラムに採択された。末永チームの研究は収差補正技術を深めるべく JST の研究加速プログラムに申請中である。このように 3 つの研究が次の大型研究に採択され、1 件が審査の対象になっていることは特筆に値する。河田チームの研究は大阪大学フォトリソグセンターで活発に展開されていくであろう。高田チームのナノスケールピコ秒時間分割法は、Spring8 の今後の研究手法の大きな柱になっている。また、次世代光ストレージの開発に向けてパナソニック、ソニーとの共同研究が進んでいる。瀬戸チームは Spring8 でパワーユーザーとして継続され、開発したメスbauer分光法に、共同研究の申請が来ている。高橋チームは、その開発した圧倒的な性能の装置を用いて電子のスピンに絡む最先端の物性の研究が期待できる。福谷チームの非破壊で大型試料にも対応できる水素の検出手法は、産業界からの需要も多く、今後大型予算を獲得して、専用の加速器の建設推進が強く望まれる。

次に、特に電子顕微鏡の世界的状況について付言する。過去には世界における日本のシ

エアは約 60%を超えたこともあった。しかし、近時には外国勢に、球面収差補正技術で優位性を奪われ、最上位機種では FEI 社（旧フィリップス社）製の TITAN 機に完敗を喫するに至った。さらにアメリカの国家プロジェクトである TEAM プロジェクトでは巨費を投じて FEI と協力して、電子顕微鏡の更なる高度化と色収差補正器の開発に取り組んだ。このような状況下において、本領域では、これに対抗すべく、加速電圧 300kV の電子顕微鏡に新型の球面収差補正器を開発して搭載し、空間分解能 0.5 $\text{\AA}$ を凌駕する電子顕微鏡を開発する高柳チームの研究と、未来志向のソフトマテリアルの研究に特化した球面収差および色収差補正器を搭載した 30-60kV 電子顕微鏡を開発する末永チームの研究を採択した。

前者の研究では STEM および TEM モードで空間分解能 0.47 $\text{\AA}$ を達成し、分解能競争では世界のトップに躍り出た。さらに、安定度が高く長時間の使用に耐える冷陰極型電解放出電子銃を開発した。日本電子(株)は、この研究で開発した試作機仕様の装置を海外から 2 台の受注を受けた。日本電子(株)はそのフラッグシップ機で世界競争ができる段階に達した。また、この研究で開発した技術を、200kV の商用機 ARM200 に投入し、高分解能かつ高安定な性能を築き、内外から多くの注文を受けた。これらの装置を用いて世界で初めて、Li 原子列、水素原子列の観察に成功した。

後者の研究では、日本のオリジナルな球面収差および色収差補正方式を考案し、収差補正器を設計・作製した。球面収差補正器については高次の収差である 6 回非点収差も同時に補正して、70mrad まで位相のそろったビームを得ることに成功した。色収差補正については、プラズモンロスをはばカバーできる $\Delta E = 25\text{V}$ まで収差補正が出来る補正器を開発した。このプロジェクトで実施した低加速電圧電子顕微鏡の開発は世界の開発トレンドとなった。本プロジェクトで開発したソフトマテリアル観察用の電子顕微鏡は世界をリードしている。電子顕微鏡の開発研究は基礎的研究であると同時に産業化に直結している。CREST による今回の研究は日本の電子顕微鏡産業の発展にも大きく貢献できた。

すでに述べてきたように全ての研究チームから世界初、世界最高性能の研究生まれた。今後、各チームで開発された装置は物性研究や材料の評価研究に有効かつ活発に利用されてゆくものと確信している。研究者自身、領域アドバイザー、事務方の三位一体の協力によって画期的な成果が得られた。費用対効果の高い領域であったと信ずる。

これまで、研究費の多くが物質・材料の開発につぎ込まれ、機器開発はないがしろにされてきた。今回の領域設定は、機器開発にとって極めて意義深いものであった。材料開発に比べて機器開発は、縁の下の力持ち的存在のように思われているようであるが、機器開発は材料開発にとって不可欠である。日本の機器開発力を高め、理化学機器メーカーの力を増強するためにも、今回のような領域が単発に終わることなく、新たな機器開発の CREST が立ち上げられることを切に希望する。

